

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平4-115158

⑬ Int. Cl.³G 01 N 30/32
B 01 D 15/08

識別記号

A

庁内整理番号

7621-2 J
8014-4 D

⑭ 公開 平成4年(1992)4月16日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 液体クロマトグラフ

⑯ 特 願 平2-236272

⑰ 出 願 平2(1990)9月6日

⑱ 発 明 者 上 口 泰 司 神奈川県横浜市磯子区磯子1丁目2番10号 バブコック日立株式会社横浜研究所内

⑲ 出 願 人 バブコック日立株式会 東京都千代田区大手町2丁目6番2号
社

⑳ 代 理 人 弁理士 川北 武長

明 細 書

1. 発明の名称

液体クロマトグラフ

2. 特許請求の範囲

(1) 溶離液を供給する溶離液ポンプと、試料を投入するサンプルインジェクタと、試料中の成分を溶離液によって分離するキャピラリーカラムと、上記キャピラリーカラムに供給する試料および溶離液の流量を調節する、キャピラリーカラム前流に設けられた分岐流路および該分岐流路に設けられた抵抗管と、前記キャピラリーカラムで分離された試料成分を検出する検出器と、前記検出器または抵抗管を通過した試料および溶離液を回収する排液ボトルとを備えた液体クロマトグラフにおいて、前記サンプルインジェクタ前流に第2の分岐流路を設け、該分岐流路に調圧器を設置するとともに該分岐流路を前記抵抗管後流に合流させ、該合流点後流に第2の抵抗管を設けたことを特徴とする液体クロマトグラフ。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は液体クロマトグラフに係り、さらに詳しくはキャピラリーカラムを用い、該カラムに導入する試料および溶離液の流量を容易に調節することができる液体クロマトグラフに関する。

〔従来の技術〕

近年、液体クロマトグラフィーにおいて、ガスクロマトグラフィーと同様にキャピラリーカラムの使用が盛んになりつつある。

液体クロマトグラフィーでキャピラリーカラムを使用する場合は、カラムの負荷容量が小さいため、試料の注入量を1～10 μl程度の範囲で正確に制御する必要がある。この制御手段としては、ガスクロマトグラフィーの場合と同様に、液体クロマトグラフ内に試料を導入した後、試料の流れを一定の割合で分流し、一部の試料の流れのみをカラムに供給することが考えられる。この場合、分流する割合を精度よく制御しないと正確な定量分析を行うことができない。試料の流れを一定の割合に分流するには、カラム前流に分岐流路を設

BEST AVAILABLE COPY

け、該分岐流路に抵抗を付与することによって行うことができる。該抵抗の付与方法としては、抵抗管、ニードルバルブまたはマスフローコントローラを用いる方法が知られている。

第2図は、従来技術による液体クロマトグラフの説明図である。

この装置は、溶離液を供給する溶離液ポンプ1と、試料を投入するサンプルインジェクタ2と、試料中の成分を溶離液によって分離するキャピラリーカラム3と、上記キャピラリーカラム3に供給する試料および溶離液の流量を調節する、キャピラリーカラム前流に設けられた分岐流路4および該分岐流路4に設けられた抵抗管5と、前記キャピラリーカラム3で分離された試料成分を検出する検出器10と、前記検出器10または抵抗管5を通過した試料および溶離液を回収する排液ボトル11A、11Bとから主として構成される。

このような構成において、溶離液ポンプ1により供給される溶離液は、サンプルインジェクタ2内の試料とともにキャピラリーカラム3に流入さ

れる。キャピラリーカラム3に供給される試料と溶離液の流量は、キャピラリーカラム3前流に設けられた分岐流路4の抵抗管5の抵抗により一定量に調節される。試料は、溶離液とともにキャピラリーカラム3内を通過していくつかの成分に分離され、該分離された成分は検出器10で分析され、その後、排液ボトル11Aに回収される。キャピラリーカラム3の入口の圧力は圧力計7Aにより測定される。また前記分岐流路4に分流された試料および溶離液は抵抗管5を通過して排液ボトル11Bに回収される。

このような従来の装置では、キャピラリーカラム3に供給する試料および溶離液の流量は抵抗管の抵抗により調節される。しかしながら、キャピラリーカラムに供給する流量を変える場合には、その都度、抵抗管5を交換して分岐流路4の抵抗を変える必要があり、非常に煩雑な操作が必要であった。

一方、抵抗管の代わりにニードルバルブまたはマスフローコントローラを用いてカラムに供給す

る流量を調節する場合には、10～300 kg/cm²という液体クロマトグラフの操作条件下で、精度のよい圧力操作を行うことが困難であり、カラムに供給する流量を安定して一定に維持することが困難であった。

(発明が解決しようとする課題)

本発明の目的は、前記従来技術の問題を解決し、キャピラリーカラムに供給する試料および溶離液の流量を、容易に変更することができ、該流量を正確かつ安定的に一定に維持することができる液体クロマトグラフを提供することにある。

(課題を解決するための手段)

本発明は、溶離液を供給する溶離液ポンプと、試料を投入するサンプルインジェクタと、試料中の成分を溶離液によって分離するキャピラリーカラムと、上記キャピラリーカラムに供給する試料および溶離液の流量を調節する、キャピラリーカラム前流に設けられた分岐流路および該分岐流路に設けられた抵抗管と、前記キャピラリーカラムで分離された試料成分を検出する検出器と、前記

検出器または抵抗管を通過した試料および溶離液を回収する排液ボトルとを備えた液体クロマトグラフにおいて、前記サンプルインジェクタ前流に第2の分岐流路を設け、該分岐流路に調圧器を設置するとともに該分岐流路を前記抵抗管後流に合流させ、該合流点後流に第2の抵抗管を設けたことを特徴とする液体クロマトグラフに関する。

以下、本発明を図面により詳しく説明する。

(実施例)

第1図は、本発明の一実施例を示す液体クロマトグラフの説明図である。

第1図において、第2図と同一部分は同一符号を付し説明を省略する。図において第2図と異なる点は、サンプルインジェクタ2の前流に第2の分岐流路8を設け、該分岐流路8に調圧器9および圧力計7Bを設置するとともに、該分岐流路8を、分岐流路4に設けられた抵抗管5の後流に合流させ、該合流点の後流に第2の抵抗管6を設けたことである。

このような装置において、キャピラリーカラム

3の入口圧力 P_i は圧力計7Aにより測定され、また分岐流路4と分岐流路8の合流点後流の圧力 P_o は圧力計7Bにより測定される。該圧力 P_o は、調節器9により分岐流路8を流れる溶離液流量を調節することによって任意に設定することができる。該圧力 P_o を、 $P_i > P_o$ に設定すると、サンプルインジェクタ2を通過した試料および溶離液は、その一部が分岐流路4に分流し、抵抗管5および抵抗管6を経て大気圧下の排液ボトル11Bに導かれる。抵抗管6は P_o を大気圧以上の任意圧力に設定するための流路抵抗であるため抵抗のあるものであればよい。

このときのキャピラリーカラム3に流入する溶離液流量 f_1 は、大気圧を P_a とすると式(Ⅰ)

$$f_1 = \frac{(P_i - P_a)}{R_i} \quad (Ⅰ)$$

で表される。ここで R_i はカラム流路抵抗を示す。また分岐流路4に流入する溶離液流量 f_2 は式(Ⅱ)

$$f_2 = \frac{(P_i - P_o)}{R_s} \quad (Ⅱ)$$

られた調節器9により P_o を任意に設定するだけで容易にかつ正確に試料および溶離液の分流割合を制御することができるとともに、分流割合を安定的に一定に維持することができる。また、耐圧ニードルバルブなどの特殊な装置を必要とせず、安価な材料で精度のよい液体クロマトグラフを提供することができる。

〔発明の効果〕

本発明の液体クロマトグラフによれば、第2の分岐流路と該流路に調節器を設置して抵抗管後流圧力 P_o を任意に設定することにより、試料および溶離液の分流割合を任意に調節することができるため、キャピラリーカラムに供給する試料および溶離液の流量変更が容易で作業性に優れるとともに、該流量を正確かつ安定的に一定に維持することができ、精度よい分析が可能となる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の一実施例を示す液体クロマトグラフの説明図、第2図は、従来技術の液体クロマトグラフの説明図である。

で表される。ここで R_s は抵抗管5の流路抵抗を示す。上記式(Ⅰ)および(Ⅱ)から、キャピラリーカラム3に流入する溶離液量 f_1 と抵抗管5に流入する溶離液 f_2 との流量比、すなわち分流割合は式(Ⅲ)で表される。

$$\frac{f_1}{f_2} = \frac{(P_i - P_a)}{(P_i - P_o)} \cdot \frac{R_s}{R_i} \quad (Ⅲ)$$

カラム入口の圧力 P_i は分析目的により定められ、また R_s/R_i は同一温度下では定数となる。従って、分流割合(f_1/f_2)は、圧力 P_o を任意に設定することにより、容易に制御することが可能となる。

このような関係は、分岐流路8と分岐流路4の合流点を抵抗管5の後流に設けることにより成立し、この合流点を抵抗管6の後流に設けた場合には、 P_o および P_i を任意に制御することができず、従って、分流割合(f_1/f_2)を任意に制御することができなくなり、本発明の目的を達成することができない。

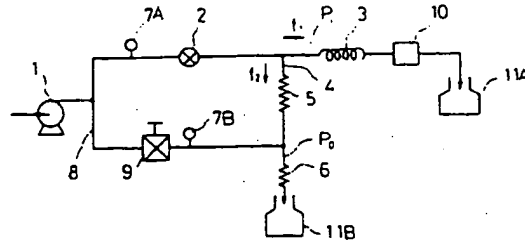
このように本発明によれば、分岐流路8に設け

1…溶離液ポンプ、2…サンプルインジェクタ、3…キャピラリーカラム、4、8…分岐流路、5、6…抵抗管、7A、7B…圧力計、9…調節器、10…検出器、11A、11B…排液ボトル、 f_1 、 f_2 …溶離液流量、 P_o …抵抗管後流圧力、 P_i …キャピラリーカラム入口圧力。

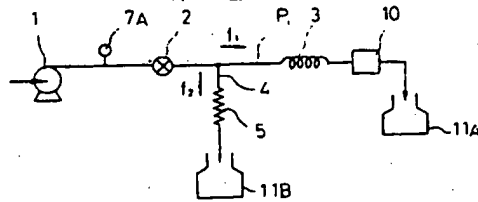
出願人 バブコック日立株式会社

代理人 弁理士 川北武長

第 1 図



第 2 図



- 1: 溶離液ポンプ
2: サンプルインジェクタ
3: キャピラリーカラム
4, 8: 分岐流路
5, 6: 抵抗管
7A, 7B: 圧力計
9: 調圧器
10: 検出器
11A, 11B: 排液ボットル